

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-76006

⑤ Int. Cl.³
C 08 F 10/00
6/00

識別記号

庁内整理番号
7823-4 J
8118-4 J

⑬ 公開 昭和57年(1982)5月12日
発明の数 3
審査請求 未請求

(全 10 頁)

⑭ オレフィン重合体から未重合の単量体を除去
するための脱ガス方法

⑮ 特 願 昭56-136208

⑯ 出 願 昭56(1981)9月1日

優先権主張 ⑰ 1980年9月2日 ⑱ 米国(US)
⑲ 183375

⑳ 発 明 者 ロバート・ウィリアム・ボブス
ト
米国ウエストバージニア州チャ
ールストン・シエリダン・サー
クル112

㉑ 発 明 者 ビリー・ジャック・ガーナー

㉒ 発 明 者 フレデリック・ウィリアム・ジ
エイコブ

㉓ 出 願 人 米国ウエスト・ユニバーシティ
・プレイス・ミルトム4029

㉔ 出 願 人 ユニオン・カーバイド・コーポ
レーション
米国ニューヨーク州10017ニュ
ーヨーク市パーク・アベニュー
270

㉕ 代 理 人 弁理士 倉内基弘 外1名

明 細 書

1 発明の名称 オレフィン重合体から未重合の単
量体を除去するための脱ガス方法

2 特許請求の範囲

(1) 未重合のガス状単量体を含有する固体オレフ
イン重合体からそのガス状単量体を除去するにあ
たり、

該オレフィン重合体をページ用容器へ第一ガス
流れにより搬送し、その際該ガスは該重合体及び
単量体に対して不活性であり且つ酸素を実質上含
有しないようなものとし、

該オレフィン重合体及び単量体に対して不活性
であり且つ酸素を実質上含有しないページガスを
ページ用容器に供給し、

ページ用容器において該重合体とページガスと
を向流的に接触させてページガス、搬送用ガス及
びガス状単量体を含有する第二ガス流れと減少し
たガス状単量体含有量を有する重合体流れとを生

じさせ、

該第二ガス流れの一部をページ用容器に再循環
させる

ことからなる固体オレフィン重合体から未重合の
ガス状単量体を除去する方法。

(2) 再循環流れを第一ガス流れとして使用する特
許請求の範囲第1項記載の方法。

(3) 再循環流れをページガスとして使用する特許
請求の範囲第1項記載の方法。

(4) ページガスが窒素からなる特許請求の範囲第
1項記載の方法。

(5) ページガスが窒素からなる特許請求の範囲第
2項記載の方法。

(6) 重合体が低圧重合低密度エチレン-炭化水素
共重合体である特許請求の範囲第1項記載の方法。

(7) 未重合のガス状単量体を含有する固体低圧重
合低密度エチレン-炭化水素共重合体からそのガ
ス状単量体を除去するにあたり、

該共重合体を顆粒状で第一ガス流れによりペ
ージ用容器の頂部へ、そして該ページ用容器内を下

向きに実質上栓流状態で搬送し、その際該ガスは該共重合体に不活性であり且つ該ガス状単量体を含有するが炭素を実質上含有しないようなものとし、

該共重合体に対して不活性であり且つ炭素を実質上含有せず、また除去されるガス状単量体のいずれも実質上含有しないページガスをページ用容器の底部に供給し、

ページ用容器において共重合体とページガスとを向流的に接触させてページガス、搬送用ガス及びガス状単量体を含有する第二ガス流れと減少したガス状単量体含有量を有する共重合体流れとを生じさせ、

該第二ガス流れの一部を第一ガス流れとして再循環する

ことからなる固体低圧重合低密度エチレン-炭化水素共重合体から未重合のガス状単量体を除去する方法。

(8) ページガスが炭素からなる特許請求の範囲第7項記載の方法。

3

ことからなる固体低圧重合低密度エチレン-炭化水素共重合体から未重合のガス状単量体を除去する方法。

(11) 第一ガス流れが少なくとも90%の炭素を含む特許請求の範囲第10項記載の方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は、固体オレフィン重合体から未重合のガス状単量体を除去する方法に関し、さらに詳しくは好ましい具体例として顆粒状低圧重合低密度エチレン-炭化水素重合体から未反応のガス状炭化水素単量体を除去する方法に関する。

過去においては、低密度エチレン重合体（即ち、約0.94g/cc以下の密度を有するエチレン重合体）は、振盪した長い管状反応器において溶媒の不在下に遊離基開始剤を用いてエチレンを高圧（即ち、15,000 psi以上の圧力）でホモ重合することにより商業的に製造されていた。最近になつて、従来の高圧法と比較して大きな利点を有する低密度エチレン重合体の低圧製造法が開発さ

5

(9) 減少した量が共重合体100万重量部につきガス状単量体50重量部以下である特許請求の範囲第7項記載の方法。

(10) 未重合のガス状単量体を含有する固体低圧重合低密度エチレン-炭化水素共重合体からそのガス状単量体を除去するにあたり、

該共重合体を顆粒状で第一ガス流れによりページ用容器へ、そして該ページ用容器内を下向きに実質上栓流状態で搬送し、その際該ガスは該共重合体に対して不活性であるようなものとし、

該共重合体に対して不活性であり且つ該ガス状単量体を含有するページガスをページ用容器の底部に供給し、

ページ用容器において該共重合体とページガスとを向流的に接触させてページガス、搬送用ガス及び一層多い量のガス状単量体を含有する第二ガス流れと減少したガス状単量体含有量を有する共重合体流れとを生じさせ、

該第二ガス流れの一部をページガスとして再循環する

4

れた。このような低圧法の一つが1978年3月31日に出願された米国特許出願第892,322号並びに1979年2月16日に出願された米国特許出願第1,272,000号に開示されている（これらの開示を本明細書で引用する。これらの対応外国出願はヨーロッパ特許公告第4647号として公告された）。このような低圧法により製造されたエチレン重合体は既知の技術によりフィルムに成形することができ、そしてこのようなフィルムは極めて強靱であつて、包装用途に有用である。

前記の特許出願は、約0.91~約0.94g/ccの広い密度範囲と約2.2~約3.6のメルトフロー比を有し且つ比較的低い残留炭素含有量及び比較的高い嵩密度を有する低密度エチレン共重合体の低圧気相製造法を開示している。この方法は、有機アルミニウム化合物によつて特定の活性化条件下で製造され且つ多孔質の不活性担体に含浸された高活性マグネシウム-チタン錯体触媒の存在下にエチレンと1種又はそれ以上のC₃~C₈α-オレフィン炭化水素を共重合させることからなる。

6

このように製造された共重合体（これらの重合体に適用するときと同じように、本明細書で用いるとき用語「共重合体」はエチレンと2種又はそれ以上の共単量体との重合体をも包含することを意味する）は、主たる（少なくとも約90モル％）エチレンと少割合（多くともせいぜい10モル％）の1種又はそれ以上のC₃～C₈α-オレフィン炭化水素（これは第4番目の炭素原子よりも近い炭素原子のいずれにも分岐を含有すべきではない）との共重合体である。このようなα-オレフィン炭化水素の例は、プロピレン、1-ブテン、1-ヘキセン、4-メチル-1-ペンテン及び1-オクタンである。

触媒は、まず、チタン化合物（例えばTiCl₄）、マグネシウム化合物（例えばMgCl₂）及び電子供与体化合物（例えばテトラヒドロフラン）から、例えばそのチタン及びマグネシウム化合物を電子供与体化合物に溶解することによつて先駆物質を製造し、次いでその先駆物質を結晶化により単離することによつて製造される。次いで、例えばそ

7

性で未重合の単量体を除去するための技術を教示している。例えば、米国特許第4,197,399号は、塩化ビニル重合体を水性分散体の形で重合させた後に存在する残留塩化ビニル単量体を除去する方法を開示している。この方法は、重合体を少なくともそのガラス転移温度まで加熱し、その重合体を高められた温度で空気、酸素又は水蒸気のような不活性流体によりストリップングすることからなっている。

米国特許第3,594,356号は、溶媒から重合体を除去するための重合体回収方法を開示している。この方法では、最初のフラッシング操作及び生じた固体重合体粒子の分粒後に、重合体は窒素のような不活性ガスにより二段階でバースされる。ガス抜き及び（又は）フラッシングにより未反応単量体を除去することができる。

また、米国特許第3,450,183号は、ポリオレフィンを含有する溶液からポリオレフィン固体を回収する方法を開示している。この方法は、フラッシングして固体濃縮物を得、しかる後、細断

9

の先駆物質を電子供与体化合物に溶解し、多孔質不活性担体（例えばシリカ）と混合し、続いて乾燥して溶媒を除去することにより先駆物質が不活性担体に含浸せしめられる。生じた含浸担体は、活性剤化合物（例えばトリエチルアルミニウム）による処理により活性化することができる。

この重合方法は、この活性化触媒と単量体を気相で、例えば流動床において、約30～約105℃の温度及び約1000 psiまで（例えば約150～350 psi）の低圧で接触させるることによつて実施することができる。

生じた顆粒状重合体は、炭化水素単量体を含めて未重合のガス状単量体を含有しているであろう。これらのガス状単量体は安全性の理由のために顆粒状樹脂から除去すべきである。なぜならば、炭化水素単量体濃度が酸素の存在下で過剰になると爆発の危険があるからである。さらに、炭化水素の放出に関する環境基準を満足させるためには炭化水素の適切な処分が要求されるからである。

従来技術も、相当する単量体の重合体から揮発

8

固体を窒素のような不活性バースガスの流れに対して向流的な混合作用に付することからなっている。ガス抜き及び（又は）フラッシングにより未反応オレフィンを除去することができる。

本発明は、固体オレフィン重合体から未重合のガス状単量体を除去するための脱ガス又はバース方法に係る。さらに詳しくは、この本発明の方法は、固体重合体（例えば顆粒状形態）を不活性ガス流れによつてバース用容器へ搬送し、バース用容器において重合体を向流の不活性ガスバース流れと接触させてその重合体から放出される単量体ガスを取り払い、生じた不活性ガス-単量体ガス流れの一部をバース用容器に再循環することからなっている。ある一つの実例においては、再循環された流れは、重合体をバース用容器に供給するための搬送用流れとして働く。他の具体例においては、再循環された流れは、バース用容器の底部に供給されるバース用流れとして働く。また、好ましい具体例においては、本発明の方法により顆粒状の低圧重合低密度エチレン炭化水素共重合

10

体からガス状の未重合炭化水素単量体をバージすることができる。

ここで、説明を容易にする目的でのみ、本発明を低圧-低密度エチレン共重合体と関連させて説明する。しかし、本発明はこれにより制限されるものでないことを特に理解すべきである。むしろ、特許請求の範囲によつてのみ制限されるのが本発明である。例えば、本発明のガスバージ方法は、低圧-低密度エチレン共重合体以外の固体オレフィン重合体、例えばエチレンやプロピレンのホモ重合体及びエチレンの他の共重合体をバージするのに用いることができる。

本明細書で用いるとき、用語「低圧-低密度エチレン共重合体」とは、少なくとも約90モル%のエチレンと多くとも約10モル%の少なくとも1種のC₃~C₈α-オレフィン炭化水素共単量体（例えば、プロピレン、1-ブテン、1-ヘキセン、4-メチル-1-ペンテン及び1-オクテン）との共重合体であつて、低圧（例えば150~350 psi）で共重合せしめられるものを意味す

11

触したときの爆発性の可能性を回避するように炭化水素含有量を減少させることが要求される。本発明は、これらの望ましい目的を達成するために使用することができる。

概略的にいえば、本発明の方法は、未重合の単量体ガスを含有する固体樹脂粒子を不活性ガスバージ流れと向流的に接触させてその単量体ガスを樹脂粒子が放出させ、バージ流れによつて取り去り、生じたガス流れの一部をバージ工程に再循環することからなる。この方法は通常連続態様で達成されるが、所望ならばバッチ式で実施することも可能である。

本発明の方法は、物理的方法のみを伴うものと思われる。即ち、単量体ガスは樹脂粒子内や樹脂粒子間に連行され又はさもなければ含まれているだけであり、そして向流ガスバージ流れ中に拡散して出ていく。単量体ガスのバージガス中への拡散は、樹脂中の単量体濃度とバージガス中の濃度との間で平衡が成立するまで起る。樹脂中の単量体濃度とバージ流れ中の濃度との間に大きな差

13

る。このような共重合体は通常は多くとも約0.94 g/ccの密度を有し、典型的にはその密度は約0.91~約0.94 g/ccである。さらに、このような共重合体は一般に約2.7~4.5の狭い分子量分布範囲 (M_w/M_n) を有する。このような共重合体の一製造法の特別の例が前述した米国特許出願第892322号及び同12720号に十分に説明されており、完全な開示についてはこれらを参照できる。これらの特許に開示された気相法は、約0.03~約0.05 in 程度の平均粒度直径を有し得る顆粒状重合体を生成する。

生じた固体低圧-低密度エチレン共重合体は、反応の条件及び特定の炭化水素共単量体に応じて、約15~45重量%ほどに高くなり得る量のガス状の未重合単量体（これはエチレン、1種以上の単化水素共単量体、飽和炭化水素及び非反応性の炭化水素オレフィンを包含し得る）を含有するであろう。環境制限によりこのような炭化水素の大気中への直接ガス抜きが妨げられる場合があり、さらに重要なことには安全性の考慮から酸素と接

12

があると明らかに拡散速度は高くなる。さらに、拡散速度は、バージ用容器内の温度及び圧力に大いに依存し、しかして高い温度は高い拡散速度、したがってバージ用容器内で短い滞留時間を与え、また低い圧力は高い拡散速度を与える。また、拡散速度は、樹脂粒度及び粒子形態に依存し、しかして拡散速度は小さい粒度ほど高くなる。したがって、バージ用容器内の樹脂の滞留時間は、樹脂中の初期単量体濃度及び所望の最終濃度に依存するが、樹脂の温度、粒度分布及び形態、バージガスの流速、バージ用容器内の圧力及びバージ用容器の大きさに基づく既知の物質移動技術を用いて決定することができる。低圧-低密度エチレン共重合体については、約50分間程度の滞留時間が単量体濃度を安全及び環境基準の点で満足できる値まで低下させるのに一般に好ましい。また、炭化水素を可能な限り含有せず又は全く含有しないバージガスをバージ用容器に供給することが好ましい。もちろん、経済的な考慮もバージ用容器の設計に影響する。当業者であれば、以下に示す詳

14

細な検討を基にし、そして標準的な化学工学技術を用いて本発明を実施できるであろう。添附の図面の第4図は、ある種のページガスの流量についてページ終了時における樹脂中のある種の炭化水素濃度を達成するのに必要な理想滞留時間を示している。このデータは、 $0.9189/\text{cc}$ の密度、20のメルトインデックスを有する低圧重合エチレン-1-ブテン共重合体、約80~85℃の開始温度、13820重量ppm（即ち138重量%）の初期炭化水素濃度及びページガスとしての純窒素を基にして得たものである。曲線は、ある種の最終炭化水素濃度を得るのに必要な滞留時間がページガスの流量が増大するにつれて減少することを示している。

図面には本発明の方法の二つの具体例が例示されている。第1図を参照するに、ページ用容器又はタンク10が示され、これは慣用の集塵器11を備えている。不活性ガスページが流れ20を介してページ用容器10の底部に供給され、固体樹脂が不活性ガスにより流れ18を介してその頂部

15

れる。減少した単量体ガス含有量を有するページされた樹脂は流れ21を介してページ用容器10を出る。

別の具体例を第2図に示すが、この例では第1図におけるような樹脂搬送用ガスに代えてページガスとガス再循環とが用いられる。第2図を参照するに、樹脂が流れ25を介して不活性ガス流れ31に供給され、その樹脂は不活性ガスにより流れ24を介してページ用容器22に搬送される。ページ用容器22内でのページガスと樹脂（栓流状態で流れる）との向流的接触により、搬送用ガス、ページガス及び発生したガス状単量体を含有する混合物（流れ27を介してページ用容器22を出る）と減少した単量体ガス含有量の樹脂（流れ32より出る）とが生ずる。ガス流れ27の一部は送風機28の下流で流れ29を介してフレア個所に供給され、そして残りの部分は、冷却器30で冷却した後、流れ33を介してページガスとしてページ用容器22に再循環される。第1図の具体例におけるようにページ用容器22内には

17

に搬送される。樹脂は、ページ用容器10に供給されるが、そのページ用容器は、樹脂が実質上栓流状態で容器中を下向きに流れるように設計されている。「栓流」とは、樹脂粒子の全てがページ用容器内を実質上同等の滞留時間を有するようにそのページ用容器の横断面全面にわたって樹脂粒子が同等に移動することを意味する。

不活性ガスページは、樹脂に対して向流方向にページ用容器中を上向きに流れ、そして樹脂から発生するガス状単量体を一掃する。ページ用容器10から流出する生成ガス流れ12は、ページガス、搬送用ガス及び発生した単量体ガスを含有し、そしてその一部は樹脂搬送用ガスとしてページ用容器10に再循環される。第1図に示すように、流れ12が冷却器13、送風機14及び冷却器15（これは送風機の設計に応じて設けるのは随意である）に逐次的に供給され、その後その流れの一部が流れ16を介してフレア個所へガス抜きされ、そして樹脂は搬送用流れ18として用いられるその流れの残部に流れ17を介して添加さ

16

慣用の集塵器23を設けることができる。

本発明の方法においては慣用の物質取扱装置及び技術を用いることができる。しかしながら、図面に示すように円錐形底部を有するページ用容器を用いることが好ましい。この場合、樹脂の好ましい樹脂の栓流を得るためにはページ用容器の底部内に逆円錐形インサート又はその他の手段を用いることが必要であろう。このインサートの高さは、所望の効果を与えるために調節することができる。このようなインサートは、市場で入手できる。集塵器（これも好ましい）の目的は、樹脂粒子が流出ページガスによりページ用容器の頂部から運び去られるのを防止することである。市場で入手できるバグフィルターのような慣用の集塵器を用いることができる。同様に、必要な物質取扱容量を提供し且つ樹脂及びページガスの温度及び圧力を抑制するために慣用の冷却器及び送風機を用いることができる。

ページ用容器内の樹脂の温度は臨界的ではなく、通常は、重合反応から得られるときの温度に依存す

18

る。しかしながら、樹脂の温度は、以下で検討するように滞留時間に影響する。低圧低密度エチレン共重合体の場合には、樹脂は重合反応から直接約80〜85℃の温度で固体粒子の形態で得ることができる。樹脂をバージ用容器へ供給する前にその樹脂に追加の熱を加えないことが経済的に望ましい。また、樹脂の温度はその軟化点又は融点（低圧低密度エチレン共重合体の場合には約100〜110℃である）より低く保つことが必要である。上述したように、バージ用容器内の温度が高いほど固体からバージガスへの単量体ガスの拡散速度は高い。しかしながら、経済的な考慮から追加の熱を樹脂に加えない場合がある。満足できる結果は、樹脂をその反応温度でバージ操作に直接供給することによつて得ることができる（その温度が搬送用ガスの温度に帰因してわずかに低下又は上昇し得るという事実を考慮しても）。

不活性バージガスは、好ましくは周囲温度でバージ用容器の底部に供給されるが、樹脂の温度近くまでの温度も満足できる。また、ガス状単量体

19

また、容器にはできるだけ均一なバージガス流れを提供することが好ましい。これを達成するためには、バージ用容器の底部にバージガスを供給するための複数の均一間隔の開口又はその他の流れ分配手段を備えることが必要であろう。さらに、バージガスのより均一な分配を得るためにはバージガスを最小速度で又はそれ以上で容器に供給することが好ましい。本発明のためにはバージガスを少なくとも約1 ft/minの線速度で供給するのが好ましい。第3図は、樹脂（低圧重合エチレン-1-ブテン共重合体；密度=0.918 g/cc、メルティンデックス20）中に特定の炭化水素濃度を得るのに要する滞留時間に対するバージ速度（バージガスとして純窒素を使用）の理論感度を示している。第3図の曲線は、滞留時間がバージ流量の増加及びバージ速度の増加と共に減少するが、滞留時間の減少速度がバージ流量及び速度の増大につれて相当に遅くなることを示している。

バージ用容器中への樹脂の流量は臨界的ではな

21

の拡散速度は低圧で高いので低い正圧をバージ用容器に提供することが好ましい。しかし、バージ用容器内に正圧を保持し真空を避けることも好ましい。なぜならば、いかなる真空も高濃度の炭化水素単量体の爆発性の点で安全性の問題を生ずるであろう空気又は酸素を系に吸引する効果を有する可能性があるからである。適当な圧力は多くの因子に依存するけれども、当業者であれば既知の物質移動技術を用いて決定することができる。低圧低密度エチレン共重合体の場合には、バージ用容器の底部に供給されるバージガスの圧力は好ましくは約1 psigであるが、15 psigほどに高く又はそれ以上であつてもよい。

また、バージ用容器に空気又は酸素が流入するのを防止するためにバージ用容器からの樹脂出口（例えば、第1及び2図においてそれぞれ流れ21及び32内）にガス遮断手段を設けることが好ましい。このようなガス遮断手段は、バージ用容器への空気の逆流を防止する任意の手段であつてよい。

20

く、樹脂中のガス状単量体の濃度を所望のレベルまで減少させるのに必要な最小滞留時間に依存する。樹脂中の炭化水素単量体ガス含有量を約25〜50重量ppm以下に減少させることが好ましいが、炭化水素単量体濃度を減少させなければならない程度は環境及び安全性の両基準に依存する。いずれにしても、本発明のバージ方法は、低圧低密度エチレン共重合体樹脂の炭化水素単量体ガス含有量を相当に減少させるのに有効である。

本発明の実施にあつて用いられる不活性ガスは、バージされる樹脂及び除去される特定のガス状単量体の両者に対して不活性であるガスのいずれでもよい。好ましいバージガスは窒素であるが、本発明の方法において不活性のその他のガスも用いることができる。バージガスの窒素含有量は少なくとも約90%であり、酸素がバージガスから排除されることが好ましい。最大許容酸素含有量は、ストリップングすべき特定の炭化水素単量体ガスによつて変る。炭化水素の濃度が酸素の存在下で増大するときは、爆発の危険も増大し、また

22

このレベルは各種の炭化水素により変わる。理想的にはバージガス中には酸素は存在すべきではないが、バージ用容器内の炭化水素濃度及びストリップングすべき単量体に応じて少量ならば許容できる。当業者ならば、特定の単量体が与えられるならば、許容酸素レベルを容易に決定できよう。もちろん、不活性バージガスは少量のガス状単量体を含むことができる。しかし、上で検討したように、その濃度が増加すると、その拡散速度、したがって樹脂滞留時間が影響を受けよう。比較的純粋な酸素をバージガスとして用いることの他の利点は、多くの炭化水素ガスが樹脂から取り去ることができること、流出する樹脂と共に排出される純粋な酸素は不純物を含有するガスがそうであるように大気放出物の原因とならないことである。したがって、バージガスが純酸素であることが好ましく、したがって第1図に示した具体例の方が第2図のものよりも好ましい。後者の場合には、再循環バージガス流れは若干の放出された単量体ガスを含有し、したがって樹脂中の単量体ガ

23

成分/流れ	表 I						
	12	16	17	18	21		
酸素 (lbs/hr)	2157	160	85	2082	86		
樹脂 (1000 lbs/hr)	0	0	132	132	132		
樹脂中の炭化水素 (lbs/lb 樹脂)							
エチレン	0	0	0.00235	0.00235	0		
ブテン	0	0	0.01140	0.01140	0.000049		
非反応性炭化水素	0	0	0.000007	0.000007	0.000001		
ガス中の炭化水素 (lbs/hr)							
エチレン	1218	91	60	1187	0		
ブテン	3048	223	72	2897	0		
非反応性炭化水素	53	4	3	52	0		

25

ス濃度を減少できる程度が低くなる。

例 I

上述した係属中の出願に開示した気相法によつてエチレン-1-ブテン共重合体(密度=0.918、メルトインデックス20)を製造する。第1図に示すように準備した装置を用いて、共重合体粒子を純酸素によりバージする。物質収支を下記の表 I に示す。

24

それぞれの流れについての代表的な温度及び圧力を下記の表 II に示す。

流れ	表 II						
	1.2			1.6	1.7	バージ用 容器頂部	2.0 2.1
	冷却器 前	送風機 吸引側	送風機 排出口				
温度(°C)	85	60	81	65	85	85	周囲 80
圧力(psig)	0.8	0.8	5	1	6	1	2 2

例 II

例 I よりも多い量の樹脂を処理することを除き、例 I の方法を繰り返す。物質収支を下記の表 III に示し、そして代表的な温度及び圧力を表 IV に示す。

26

表 IV

成分 / 流れ	12	16	17	18	21
酸素 (lb _a /hr)	2629	61	39	2529	23
樹脂 (lb _a /hr)	0	0	22500	22500	22500
樹脂中の炭化水素 (lb _a /1b 樹脂)	0	0	0.00235	0.00235	0
エチレン	0	0	0.00235	0.00235	0
ブテン	0	0	0.01140	0.01140	0.000049
非反応性炭化水素	0	0	0.00007	0.00007	0.000001
ガス中の炭化水素 (lb _a /hr)	1393	32	21	1340	0
エチレン	6757	158	100	6500	0
ブテン	52	1	1	50	0
非反応性炭化水素					

27

表 V

項目 / 流れ	25	31	27	29	34*	33	32
全流量 (lb _a /hr)	35160	11000	12300	11500*	400	800	35000
酸素 (lb _a /hr)	--	9988	10997	10282	358	715	--
炭化水素 (lb _a /hr)							
エチレン/エタン	16	132	165	154	5	10	--
ブテン	131	--	156	126	4	9	5
非反応性炭化水素	18	--	19	18	1	2	--
酸素 (lb _a /hr)	--	880	984	920	32	64	--
樹脂 (lb _a /hr)	34995	--	--	--	--	--	34995
温度 (°C)	85	40	60	120	50	50	60
圧力 (psig)	15	15	0.1	50	11	11	95

* 送風機モーターが焼けるのを防止するために送風機の吸引側に再循環する。

* 流れ, 32よりページ用密器に流れる 500lb_a/hrのN₂を含む。

29

表 N

流れ	12			ページ用 容器頂部			20	21
	冷却器 前	送風機 吸引側	送風機 排出側	16	17	85		
温度(°C)	85	40	90	65	85	85	周囲	80
圧力(psig)	0.8	0.8	6	1	6	1	2	2

例 II

例 I と同じ重合体を重合させ、第 2 図の装置を用いて樹脂粒子をページする。結果を下記の表 V に示す。

28

4 図面の簡単な説明

第 1 図及び第 2 図は、本発明の異なる具体例を例示する。

第 3 図及び第 4 図は、ページ流量及び最終単量体濃度による滞留時間の変化を例示する。

代理人の氏名

倉 内 基 弘

間

倉 橋

映

Fig. 1.

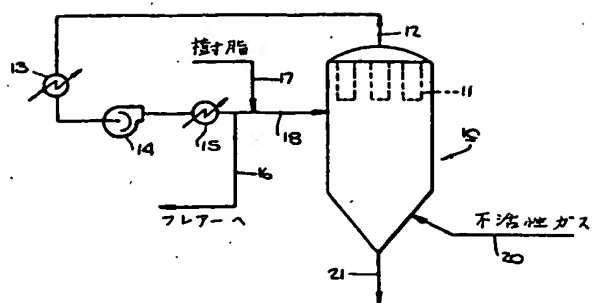


Fig. 2.

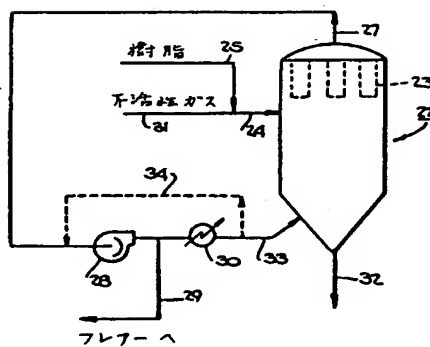


Fig. 3.

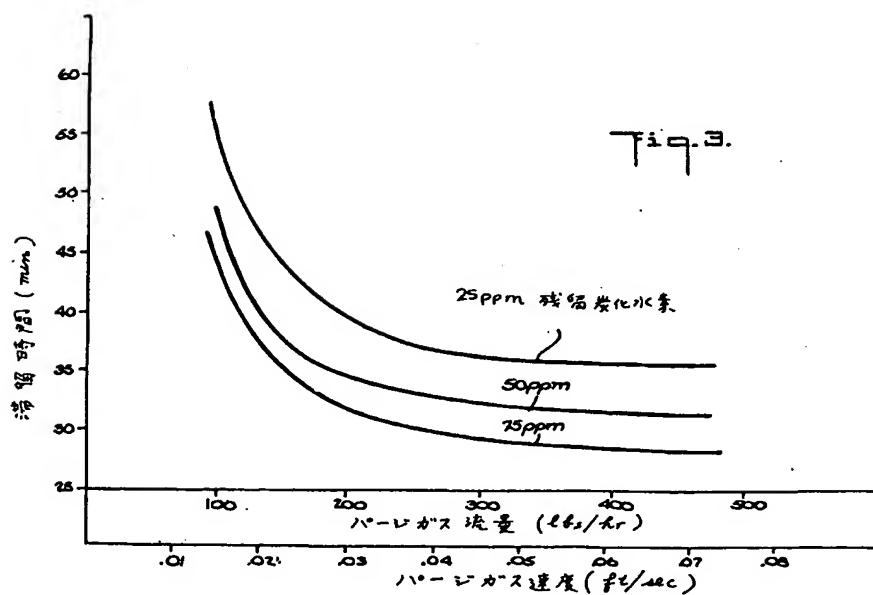


Fig. 4.

